

P  
CLIPPEDIMAGE= JP408130245A  
PAT-NO: JP408130245A  
DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 08130245 A  
TITLE: FORMING METHOD OF INSULATING FILM

PUBN-DATE: May 21, 1996

INVENTOR-INFORMATION:

NAME  
MUROYAMA, MASAKAZU

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
SONY CORP	N/A

APPL-NO: JP06266787

APPL-DATE: October 31, 1994

INT-CL\_(IPC): H01L021/768; C23C016/34 ; C23C016/40 ; C23C016/50 ; H01L021/31  
; H01L021/318

ABSTRACT:

PURPOSE: To prevent generation of cracks in the case of a thick film, by a method wherein, after a first insulating film is formed by CVD, mixed gas system of gas containing water and organic silicon compound and gas containing nitrogen atoms in a molecule is used, and a second insulating film is formed on the first insulating film by a CVD method.

CONSTITUTION: A first insulating film 4 having compressive stress is formed on a wafer wherein an interlayer insulating film 2 and an Al based wiring 3 are formed on a semiconductor substrate 1, by plasma CVD using the gas system containing no water, like SH<SB>4</SB>-NH<SB>3</SB> mixed gas. A second insulating film 5 is formed on the fir insulating film 4, by plasma CVD using the mixed gas system of gas containing water and organic silicon compound like TEOS and gas containing N atoms in molecules of N<SB>2</SB>, NH<SB>3</SB>, N<SB>2</SB>H<SB>4</SB>, etc. Thus an insulating film 6 between lamination layers is formed. Thereby excellent step coverage is maintained, generation of cracks in a thick film is prevented, and working precision and reliability of wiring can be improved.

COPYRIGHT: (C)1996,JPO

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平8-130245

(43)公開日 平成8年(1996)5月21日

(51)Int.Cl. H 01 L 21/768 C 23 C 16/34 16/40 16/50	識別記号 F I	序内整理番号	技術表示箇所
--	-------------	--------	--------

H 01 L 21/ 90 M

審査請求 未請求 請求項の数7 OL (全 6 頁) 最終頁に続く

(21)出願番号 特願平6-266787	(71)出願人 000002185 ソニー株式会社 東京都品川区北品川6丁目7番35号
(22)出願日 平成6年(1994)10月31日	(72)発明者 室山 雅和 東京都品川区北品川6丁目7番35号 ソニ ー株式会社内

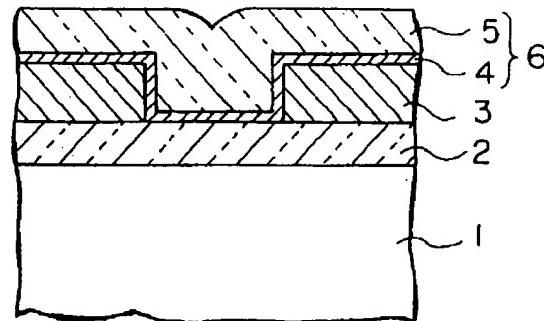
(74)代理人 弁理士 小池 晃 (外2名)

(54)【発明の名称】 絶縁膜の成膜方法

(57)【要約】

【構成】 半導体基板1上に層間絶縁膜2、A1系配線3が形成されたウェハ上に、 $\text{SiH}_4 - \text{NH}_3$ 混合ガス等の水を含まないガス系を用いたプラズマCVDにより、圧縮応力を有する第1の絶縁膜4を成膜した後、該第1の絶縁膜4上に、水およびTEOS等の有機シリコン化合物を含むガスと、 $\text{N}_2$ 、 $\text{NH}_3$ 、 $\text{N}_2\text{H}_4$ 等の分子内に少なくともN原子を含むガスとの混合ガス系を用いたプラズマCVDによって第2の絶縁膜5を成膜して、積層層間絶縁膜6を形成する。

【効果】 第2の絶縁膜5の引っ張り応力を第1の絶縁膜の圧縮応力で相殺できるため、積層層間絶縁膜6は優れたステップカバーレージを維持しつつ、厚膜化してもクラックを生じないものとなる。このため、微細化・多層化した配線上を十分に平坦化でき、且つ十分な絶縁性を有するものとなり、半導体装置の信頼性および歩留まりを高めることも可能となる。



1

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 基体上に圧縮応力を有する第1の絶縁膜を化学的気相成長法により成膜した後、水および有機シリコン化合物を含むガスと、分子内に少なくとも窒素原子を含むガスとの混合ガス系を用い、化学的気相成長法によって前記第1の絶縁膜上に第2の絶縁膜を成膜することを特徴とする絶縁膜の成膜方法。

【請求項2】 前記第1の絶縁膜を、水を含まないガス系を用いて成膜することを特徴とする請求項1記載の絶縁膜の成膜方法。

【請求項3】 前記第1の絶縁膜は、酸化シリコン系絶縁膜、塗化シリコン系絶縁膜、酸塗化シリコン系絶縁膜のいずれかであることを特徴とする請求項1または請求項2に記載の絶縁膜の成膜方法。

【請求項4】 前記有機シリコン化合物として、デトロエトキシシランを用いることを特徴とする請求項1ないし請求項3のいずれか1項に記載の絶縁膜の成膜方法。

【請求項5】 前記分子内に少なくとも窒素原子を含むガスとして、窒素ガス、アジ化水素ガス、アンモニアガス、アンモニア誘導体ガス、ヒドログンガス、ヒドリジン誘導体ガスより選ばれる少なくとも1つを用いることを特徴とする請求項1ないし請求項4のいずれか1項に記載の絶縁膜の成膜方法。

【請求項6】 前記第1の絶縁膜および第2の絶縁膜は、層間絶縁膜として成膜されることを特徴とする請求項1ないし請求項5のいずれか1項に記載の絶縁膜の成膜方法。

【請求項7】 前記化学的気相成長法による前記第1の絶縁膜および前記第2の絶縁膜の成膜は、プラズマを発生させながら行うことを特徴とする請求項1ないし請求項6のいずれか1項に記載の絶縁膜の成膜方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、絶縁膜の成膜方法に関し、特に、微細化・多層化した配線を有する半導体装置において、耐クラック性に優れた層間絶縁膜を成膜する方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 近年、半導体デバイスの微細化・高集積化に伴って配線技術は微細化・多層化の方向に進んでいく。しかし、半導体デバイスの微細化・高集積化によって層間絶縁膜の段差が大きく且つ急峻となると、その上に形成される配線の加工精度、信頼性は低下し、半導体デバイス自体の信頼性をも低下させる要因にもなる。このため、A1配線の段差被覆性の大幅な改善が困難である現在、層間絶縁膜の平坦性を向上させることが必要とされている。

【0003】 従来、層間絶縁膜を平坦化する技術としては、例えば有機シラン系ガスを用いた化学気相成長（以下、CVDと称する。）による成膜方法、膜形成と同時

2

にスパッタエッチを行い角をとるバイアススパッタやバイアスE C R - C V Dを適用した成膜方法、S O G (Spin On Glass) を塗布する方法、熱処理により膜を軟化させる方法、膜を成膜後エッチバックを行う方法等が知られている。

【0004】 しかし、これらの技術を適用して層間絶縁膜を成膜しても、配線間隔が広い配線上では、平坦化が不足してさらにこの上に形成される配線の加工精度や信頼性が低下し、逆に配線間隔が狭い配線上では、この配線間を層間絶縁膜で十分に埋め込むことができずに「す」を発生させてしまうという問題があった。

【0005】 そこで、高いアスペクト比を有する配線上に「す」を発生させることなく、平坦化された層間絶縁膜を形成する技術として、1991年第38回応用物理学会関係連合講演会予稿集、632頁、29P-V-8、29P-V-9に記載されているよう、水を添加した有機シラン系の原料ガスを用い、プラズマCVD法によって成膜する技術が注目されている。

【0006】 さらに、本発明者等は上述の原料ガスに塩基性ガスを添加することにより、成膜時に有機シラン系ガスの加水分解速度よりも、成膜前駆体の脱水縮合速度を向上させることを提案している。これは、加水分解の遅延により低分子の加水分解生成物の大量生成を抑制し、一方で脱水縮合を促進することで、成膜された層間絶縁膜中の水酸基や有機成分の取り込みを低減させることができるからである。また、脱水縮合反応が促進されることにより、成膜前駆体を高分子化することができるため、セルフフロー（特に平坦化手段を要することなく、膜自体が平坦化された状態で形成されること）によりステップカバレージを向上させることも可能となる。

## 【0007】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、上述のように塩基性ガスを添加して層間絶縁膜を成膜すると、塩基性ガスによって膜中の有機成分が除去されるほど、層間絶縁膜内部の引っ張り応力が高くなるため、厚膜化によってクラックが発生しやすくなるという問題が生じる。

【0008】 そして、層間絶縁膜にクラックが発生すると、この層間絶縁膜の上に形成される配線の加工精度や信頼性を低下させたり、絶縁不良によって上下配線間のショートを引き起こしたりする。また、このクラックを防止しようとして厚膜化しないと、十分な絶縁耐性を確保できなくなり、また、平坦化も達成できない。

【0009】 そこで本発明はかかる従来の実情に鑑みて提案されたものであり、優れたステップカバレージ維持しつつ、厚膜化してもクラックを生じない絶縁膜の成膜方法を提供することを目的とする。

## 【0010】

【課題を解決するための手段】 本発明に係る絶縁膜の成膜方法は、従来の実情を鑑みて提案されたものであり、

基体上に圧縮応力を有する第1の絶縁膜をCVD法により成膜した後、水および有機シリコン化合物を含むガスと、分子内に少なくとも窒素原子を含むガスとの混合ガス系を用い、CVD法によって前記第1の絶縁膜上に第2の絶縁膜を成膜するものである。

【0011】即ち、水および有機シリコン化合物を含むガスと分子内に少なくとも窒素原子を含むガスとの混合ガス系を用いて成膜される前記第2の絶縁膜が有する引っ張り応力を、この絶縁膜の下地として成膜される前記第1の絶縁膜の圧縮応力（引っ張り応力に対して負の符号を持つ応力である。）によって相殺しようとするものである。具体的には、第2の絶縁膜の引っ張り応力が $5 \times 10^8$  Pa以上となるとクラック発生の虞れが生じ、 $1 \times 10^9$  Pa以上となるとクラックの発生確率が非常に高い状態となるが、第1の絶縁膜が有する圧縮応力により、第2の絶縁膜の引っ張り応力を相殺して、絶縁膜全体としての引っ張り応力を $5 \times 10^8$  Pa未満に抑えれば、クラックの発生を抑制できる。なお、第2の絶縁膜が有する引っ張り応力の値と同程度あるいはそれ以上の値の圧縮応力を第1の絶縁膜に持たせれば、絶縁膜全体として応力をほとんど持たないものにしたり、むじろ圧縮応力を有するものにすることもできる。

【0012】ここで、圧縮応力を有する第1の絶縁膜は、水を含まないガス系を用いて酸化シリコン(SiO)系絶縁膜、窒化シリコン(SiN)系絶縁膜、酸窒化シリコン(SiON)系絶縁膜のいずれかとして成膜されて好適である。原料ガスとしては、水が含まれなければ従来公知のものがいずれも使用でき、シリコン化合物としても、テトラエトキシシラン（以下、TEOSと記す。）に代表される有機シリコン化合物、シラン(SiH<sub>4</sub>)に代表される無機シリコン化合物のいずれを用いてよい。

【0013】なお、上記第1の絶縁膜の成膜を水を含まないガス系を用いて行うと、脱水縮合による熱収縮が抑制されるため、水を含むガス系を用いて成膜された膜より引っ張り応力が小さい、あるいは圧縮応力を有するものとなる。そして、この応力は成膜条件によって制御でき、プラズマCVDによって成膜を行うならば、RF出力を大きくすることで圧縮応力を増大させることができる。また、RF周波数を低くすることによっても圧縮応力を増大させることができることから、例えば、通常この種の成膜において使用される商用周波数13.56MHzより低い400kHzなる商用周波数を用いることによって圧縮応力を増大させてもよい。

【0014】一方、第2の絶縁膜は、上述したように水および有機シリコン化合物のガスと、分子内に少なくとも窒素原子を含むガスとを用いて成膜されるが、使用可能な有機シリコン化合物としては、TEOSの他、テトラメトキシシラン、テライソプロポキシシラン、テトラターシャルブトキシシラン等のアルコキシシラン類、

ジイソプロボキシジアセトキシシラン等のアルコキシアセトキシシラン類、ヘキサメチルジシロキサン等の鎖状ポリシロキサン類、オクタメチルシクロテトラシロキサン、テトラメチルシクロテトラシロキサン等の環状ポリシロキサン類が挙げられる。

【0015】これら有機シリコン化合物に添加される水は酸化剤として働くものであり、有機シリコン化合物の流量に対して1/100～1/10程度の流量とされて好適である。なお、この酸化作用を助けるために、原料ガスにさらに酸素(O<sub>2</sub>)ガスを添加してもよい。

【0016】また、分子内に少なくとも窒素原子を含むガスとしては、窒素(N<sub>2</sub>)ガス、アジ化水素(N<sub>3</sub>H)ガス、アンモニア(NH<sub>3</sub>)ガス、アンモニア誘導体ガス、ヒドラジン(N<sub>2</sub>H<sub>4</sub>)ガス、ヒドラジン誘導体ガス等を用いることができる。

【0017】なお、これら分子内に少なくとも窒素原子を含むガスは、有機シリコン化合物の脱水縮合反応を促進させるための反応触媒として働くものであり、水の流量に対して約1/10以上の流量とされればよい。

【0018】第2の絶縁膜の成膜のために上述のガスをCVD装置の反応室内に導入する際には、全てのガスを予め混合して1つのガス導入管から導入してもよいが、反応室内に導入される前に反応が起こるのを防止するため、分子内に少なくとも窒素原子を含むガスのガス導入管と、他の原料ガスのガス導入管とを別々としてもよい。なお、分子内に少なくとも窒素原子を含むガスは、予め水に溶解させておき、バブリングにより水と一緒に反応室内に導入させようとしてもよい。

【0019】ところで、前記第1の絶縁膜および前記第2の絶縁膜は、段差を被覆して成膜される層間絶縁膜であって好適である。そして、層間絶縁膜は、既に形成されているA1系配線等にダメージを与えないように成膜される必要があるため、前記第1の絶縁膜および前記第2の絶縁膜は、反応室内にプラズマを発生させながら低温で成膜して好適である。なお、第1の絶縁膜の成膜と第2の絶縁膜の成膜とでは、プラズマCVD条件をそれぞれ適正化する必要がある。

【0020】プラズマCVD装置としては、平行平板型プラズマCVD装置であってもよいし、低圧力下で高密度のプラズマを発生できる有場マイクロ波プラズマCVD(ECR-CVD)装置や、誘導結合プラズマCVD(ICP-CVD)装置、ヘリコン波プラズマCVD装置、TCP-CVD装置であってもよい。

【0021】

【作用】本発明を適用して、圧縮応力を有する第1の絶縁膜を成膜した後、水および有機シリコン化合物のガスと分子内に少なくとも窒素原子を含むガスとを用いて第2の絶縁膜を成膜すると、該第2の絶縁膜が有する引っ張り応力を前記第1の絶縁膜の圧縮応力によって相殺することができる。

【0022】このため、第2の絶縁膜の成膜時に膜中の有機成分が除去されて膜内部の引っ張り応力が高くなつても、厚膜化によってクラックが発生しない。

【0023】したがって、第2の絶縁膜の成膜時には、分子内に少なくとも窒素原子を含むガスによって脱水縮合反応を促進させて、膜中への水酸基や有機成分の取り込みを十分に低減させることができると共に、成膜前駆体を高分子化して、ステップカバレージを一層向上させることも可能となる。

【0024】また、第1の絶縁膜および第2の絶縁膜の成膜にプラズマCVD法を適用すると、低温による成膜が可能となるため、該第1の絶縁膜および第2の絶縁膜既に層間絶縁膜として成膜しても、A1系配線等の低融点材料層にダメージを与えない。また、RF電力等のプラズマの放電条件を適正化することによって、原料ガスから所望の化学種を優先的に生成させることができると共に、特に第1の絶縁膜の成膜時には圧縮応力を制御することもできる。

#### 【0025】

【実施例】以下、本発明に係る絶縁膜の成膜方法を適用した具体的な実施例について説明する。ここでは、A1系配線上に第1の絶縁膜と第2の絶縁膜とからなる積層層間絶縁膜を成膜した例について説明する。

【0026】なお、以下の各実施例ではCVD装置として、平行平板型プラズマCVD装置を用いた。このプラズマCVD装置においては、下部電極にウェハを載置し、上部電極にRF電力を印加するようになされている。また、下部電極にはヒータが設けられることにより、ウェハ温度が調整可能とされている。一方、上部電極は原料ガスを基板上に均一に供給するためのシャワー電極となされている。

#### 【0027】実施例1

本実施例は、圧縮応力を有する膜として、SiN系絶縁膜よりなる第1の絶縁膜を成膜した例である。

【0028】具体的には、図1に示されるようなシリコン等からなる半導体基板1上に酸化シリコン等からなる層間絶縁膜2、A1系配線3が形成されたウェハを用意し、該ウェハを上述したCVD装置の反応室内に搬送して、以下の条件によって先ず第1の絶縁膜4を成膜した。

#### 【0029】第1の絶縁膜4の成膜条件

導入ガス : SiH<sub>4</sub> 流量265 sccm  
NH<sub>3</sub> 流量100 sccm  
圧力 : 565 Pa  
基板温度 : 410°C  
RF出力 : 640 W (13.56 MHz)

これにより、圧縮応力を有する膜として、SiN系絶縁膜よりなる第1の絶縁膜4が100 nmなる膜厚に成膜された。なお、該第1の絶縁膜4の圧縮応力はRF出力の最適化により、1×10<sup>8</sup>～5×10<sup>8</sup> Paに制御し

た。

【0030】次いで、以下の条件によって第2の絶縁膜5を成膜した。

#### 【0031】第2の絶縁膜5の成膜条件

導入ガス : TEOS 流量500 sccm  
H<sub>2</sub>O 流量100 sccm  
NH<sub>3</sub> 流量100 sccm  
圧力 : 1300 Pa  
基板温度 : 100°C

RF出力 : 300 W (13.56 MHz)

このようにして、第1の絶縁膜4と第2の絶縁膜5とを成膜することにより、図2に示されるように積層層間絶縁膜6が形成できた。

【0032】以上のようにして成膜された積層層間絶縁膜6は、ステップカバレージに優れたものであり、「す」を発生させることなくA1系配線3上を平坦化することができた。これは、第2の絶縁膜5の成膜時に、NH<sub>3</sub>の存在によって脱水縮合反応が促進され、成膜前駆体が高分子化したためである。

【0033】また、積層層間絶縁膜6の耐クラック性を調べるため、第2の絶縁膜5を厚膜化して引っ張り応力が5×10<sup>8</sup> Pa程度となる膜厚（以下、厚膜化限界とする。）を測定したところ、厚膜化限界は2000 nmであった。第1の絶縁膜4を成膜せずに第2の絶縁膜5を成膜した場合には厚膜化限界が600 nmであったことから、本実施例を適用することにより耐クラック性が大幅に向上了ことがわかった。これは、第2の絶縁膜5の厚膜化により引っ張り応力が増大しても、第1の絶縁膜4の圧縮応力によって相殺されたためである。

#### 【0034】実施例2

本実施例は、圧縮応力を有する膜として、SiO系絶縁膜よりなる第1の絶縁膜を成膜した例である。

【0035】具体的には、実施例1に示されたと同様のウェハ上に、以下の条件によって第1の絶縁膜4を成膜した。

#### 【0036】第1の絶縁膜4の成膜条件

導入ガス : TEOS 流量880 sccm  
O<sub>2</sub> 流量710 sccm  
圧力 : 1300 Pa  
基板温度 : 400°C

RF出力 : 700 W (13.56 MHz)

これにより、1×10<sup>8</sup>～5×10<sup>8</sup> Paなる圧縮応力を有する膜として、SiO系絶縁膜よりなる第1の絶縁膜4が100 nmなる膜厚に成膜された。

【0037】次いで、第2の絶縁膜5を以下の条件にて成膜した。

#### 【0038】第2の絶縁膜5の成膜条件

導入ガス : TEOS 流量500 sccm  
H<sub>2</sub>O 流量100 sccm  
N<sub>2</sub> 流量100 sccm

圧力 : 1300Pa

基板温度 : 100°C

RF出力 : 300W (13.56MHz)

このようにして、第1の絶縁膜4と第2の絶縁膜5とを成膜することにより、図2に示されるように積層層間絶縁膜6が形成できた。

【0039】以上のようにして成膜された積層層間絶縁膜6は、ステップカバレージに優れたものであり、

「す」を発生させることなくA1系配線3上を平坦化することができた。また、積層層間絶縁膜6の耐クラック性を調べるため、第2の絶縁膜5の厚膜化限界を測定したところ、1800nmであった。第1の絶縁膜4を成膜せずに第2の絶縁膜5を成膜した場合には厚膜化限界が600nmであったことから、本実施例を適用することにより耐クラック性が大幅に向上了ことがわかった。

#### 【0040】実施例3

本実施例は、圧縮応力を有する膜として、SiON系絶縁膜よりなる第1の絶縁膜を成膜した例である。

【0041】具体的には、実施例1に示されたと同様のウェハ上に、以下の条件によって第1の絶縁膜4を成膜した。

#### 【0042】第1の絶縁膜4の成膜条件

導入ガス : SiH<sub>4</sub> 50 sccm

N<sub>2</sub>O 300 sccm

N<sub>2</sub> 300 sccm

圧力 : 332.5Pa

基板温度 : 360°C

RF出力 : 350W (13.56MHz)

これにより、1×10<sup>8</sup> ~ 5×10<sup>8</sup> Paなる圧縮応力を有する膜として、SiON系絶縁膜よりなる第1の絶縁膜4が100nmなる膜厚に成膜された。

【0043】次いで、第2の絶縁膜5を実施例1と同様の条件にて成膜した。

#### 【0044】第2の絶縁膜5の成膜条件

導入ガス : TEOS 流量500 sccm

H<sub>2</sub>O 流量100 sccm

N<sub>2</sub>H<sub>4</sub> 流量100 sccm

圧力 : 1300Pa

基板温度 : 100°C

RF出力 : 300W (13.56MHz)

このようにして、第1の絶縁膜4と第2の絶縁膜5とを成膜することにより、図2に示されるように積層層間絶縁膜6が形成できた。

【0045】以上のようにして成膜された積層層間絶縁膜6は、ステップカバレージに優れたものであり、

「す」を発生させることなくA1系配線3上を平坦化することができた。また、第1の絶縁膜4を成膜せずに第2の絶縁膜5を成膜すると厚膜化限界が600nmであったのに対し、本実施例のようにして成膜すると厚膜化限界が1800nmとなつたことから、耐クラック性が大幅に向上了ことがわかった。

【0046】本発明に係る絶縁膜の成膜方法は、上述の10 実施例に限定されるものではなく、本発明の主旨を逸脱しない範囲で变形変更が可能である。例えば、第1の絶縁膜4の成膜に用いる原料ガスの種類、第2の絶縁膜の成膜に用いる有機シリコン化合物ガスや分子内に窒素原子を含むガスの種類、ウェハの構成、CVD装置の構成等、適宜変更が可能である。

#### 【0047】

【発明の効果】以上の説明から明かなように、本発明に係る絶縁膜の成膜方法を適用すると、優れたステップカバレージを維持しつつ、厚膜化してもクラックを生じないものとなる。また、得られた絶縁膜は、水酸基や有機成分の取り込みが低減されたものであるため、絶縁耐性にも優れる。

【0048】このため、本発明を適用することにより、微細化・多層化した配線上を十分に平坦化でき、且つ十分な絶縁性を有する層間絶縁膜が得られ、さらにこの上に形成される配線の加工精度、信頼性を向上させることができ。

【0049】したがって、本発明を適用して成膜された層間絶縁膜を用いた半導体装置の信頼性および歩留まりを高めることも可能となる。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】基板上に層間絶縁膜およびA1系配線が形成されてなるウェハを示す模式的断面図である。

【図2】図1のウェハ上に第1の絶縁膜および第2の絶縁膜よりなる積層層間絶縁膜が成膜された状態を示す模式的断面図である。

#### 【符号の説明】

1 基板

2 層間絶縁膜

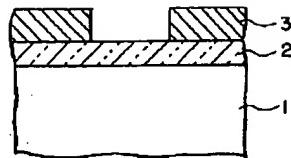
3 A1系配線

4 第1の絶縁膜

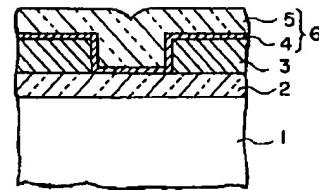
5 第2の絶縁膜

6 積層層間絶縁膜

【図1】



【図2】



---

フロントページの続き

(51) Int.Cl. 6

H 01 L 21/31  
21/318

識別記号 庁内整理番号

C  
M

F I

技術表示箇所